

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. August 2001 (23.08.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/60609 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B32B 27/36**,
C08K 5/00

Bachstrasse 7, 65232 Taunusstein (DE). **KERN, Ulrich** [DE/DE]; Wilhelm-von-Erlanger-Strasse 23, 55218 Ingelheim (DE). **PEIFFER, Herbert** [DE/DE]; Thüringer Strasse 26, 55126 Mainz (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/01304

(22) Internationales Anmeldedatum:
7. Februar 2001 (07.02.2001)

(74) Anwälte: **ZOUNEK, Nikolai** usw.; Patentanwaltskanzlei Zounek, Industriepark Kalle-Albert, Rheingaustrasse 190-196, 65203 Wiesbaden (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): JP, KR, US.

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

(30) Angaben zur Priorität:
100 07 728.5 19. Februar 2000 (19.02.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **MITSUBISHI POLYESTER FILM GMBH** [DE/DE]; Rheingaustrasse 190-196, 65203 Wiesbaden (DE).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **MURCHALL, Ursula** [DE/DE]; Im Bacchuswinkel 11, 55283 Nierstein (DE). **OBERLÄNDER, Klaus** [DE/DE]; Vor dem Wald 7, 65207 Wiesbaden (DE). **CRASS, Günther** [DE/DE];

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: WHITE, SEALABLE BIAXIALY ORIENTED POLYESTER FILM WHICH IS RENDERED FLAME RESISTANT, METHOD FOR THE PRODUCTION THEREOF AND ITS USE

WO 01/60609 A1

(54) Bezeichnung: WEISSE, SIEGELFÄHIGE, FLAMMHEMMEND AUSGERÜSTETE, BIAXIAL ORIENTIERTE POLYESTERFOLIE, VERFAHREN ZU IHRER HERSTELLUNG UND IHRE VERWENDUNG

(57) Abstract: The invention relates to a white, sealable, coextruded biaxially oriented polyester film which is rendered flame resistant and comprised of at least one base layer (B) and of outer layers (A) and (C) that are applied to both sides of said base layer. The film additionally contains a flame proofing agent and a white pigment. The invention also relates to a method for producing the film and to the use thereof.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine weisse, siegelfähige, flammhemmend ausgerüstete, koextrudierte, biaxial orientierte Polyesterfolie bestehend aus mindestens einer Basisschicht B und beidseitig auf dieser Basisschicht aufgetragenen Deckschichten A und C. Die Folie enthält zusätzlich mindestens ein Flammenschutzmittel und ein Weisspigment. Die Erfindung beinhaltet weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der Folie und ihre Verwendung.

Weiße, siegelfähige, flammhemmend ausgerüstete, biaxial orientierte Polyesterfolie,

Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung

Die Erfindung betrifft eine weiße, siegelfähige, flammhemmend ausgerüstete, koextrudierte, biaxial orientierte Polyesterfolie bestehend aus mindestens einer Basisschicht B und beidseitig auf dieser Basisschicht aufgetragenen Deckschichten A und C. Die Folie enthält zusätzlich mindestens ein Flammenschutzmittel und ein Weißpigment. Die Erfindung beinhaltet weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der Folie und ihre Verwendung.

Die Folien und daraus hergestellte Artikel eignen sich insbesondere für Anwendungen, wo ein Brandschutz bzw. eine Schwerentflammbarkeit gefordert ist.

Die Folie zeichnet sich durch ihr charakteristisches weißes Erscheinungsbild aus, wodurch sie für die genannten Anwendungen besonders attraktiv wird.

Siegelfähige, biaxial orientierte Polyesterfolien sind nach dem Stand der Technik bekannt. Ebenfalls bekannt sind siegelfähige, biaxial orientierte Polyesterfolien, die mit einem oder mit mehreren UV-Absorbern ausgerüstet sind. Diese nach dem Stand der Technik bekannten Folien zeichnen sich entweder durch ein gutes Siegelverhalten, eine gute Optik oder durch ein akzeptables Verarbeitungsverhalten aus.

In der **GB-A 1 465 973** wird eine koextrudierte, zweischichtige Polyesterfolie beschrieben, deren eine Schicht aus isophthalsäurehaltigen und terephthalsäurehaltigen Copolyestern und deren andere Schicht aus Polyethylterephthalat besteht. Über das Siegelverhalten der Folie finden sich in der Schrift keine verwertbaren Angaben. Wegen fehlender

- 2 -

Pigmentierung ist die Folie nicht prozesssicher herstellbar (Folie ist nicht wickelbar) und nur unter Einschränkung weiterverarbeitbar.

5 In der **EP-A 0 035 835** wird eine koextrudierte siegelfähige Polyesterfolie beschrieben, der zur Verbesserung des Wickel- und des Verarbeitungsverhaltens in der Siegelschicht Partikel beige-
10 setzt werden, deren mittlere Teilchengröße die Schichtdicke der Siegelschicht übersteigt. Durch die teilchenförmigen Zusatzstoffe werden Oberflächenvorsprünge gebildet, die das unerwünschte Blocken und Kleben an Walzen oder Führungen verhindern. Über die andere, nicht siegelfähige Schicht der Folie, werden
15 keine näheren Angaben zur Einarbeitung von Antiblockmitteln gemacht. Es bleibt offen, ob diese Schicht Antiblockmittel enthält. Durch Wahl von Partikeln mit größerem Durchmesser als die Siegelschicht und den in den Beispielen angegebenen Konzentrationen wird das Siegelverhalten der Folie verschlechtert. Angaben zum Siegeltemperaturbereich der Folie werden in der Schrift nicht gemacht. Die Siegelnahtfestigkeit wird bei 140 °C
gemessen und liegt in einem Bereich von 63 bis 120 N/m (0,97 N/15 mm bis 1,8 N/15 mm Folienbreite).

In der **EP-A 0 432 886** wird eine koextrudierte mehrschichtige Polyesterfolie beschrieben, die eine erste Oberfläche besitzt, auf der eine siegelfähige Schicht angeordnet ist und eine
20 zweite Oberfläche besitzt, auf der eine Acrylatschicht angeordnet ist. Die siegelfähige Deckschicht kann auch hier aus isophthalsäurehaltigen und terephthalsäurehaltigen Copolyestern bestehen. Durch die rückseitige Beschichtung erhält die Folie ein verbessertes Verarbeitungsverhalten. Angaben zum Siegelbereich der Folie werden in der Schrift nicht gemacht. Die Siegelnahtfestigkeit wird bei 140 °C gemessen. Für eine 11 µm
25 dicke Siegelschicht wird eine Siegelnahtfestigkeit von 761,5 N/m (11,4 N/15 mm) angegeben. Nachteilig an der rückseitigen Acrylatbeschichtung ist, daß diese Seite gegen die siegelfähige Deckschicht nicht mehr siegelt. Die Folie ist damit nur sehr eingeschränkt zu verwenden.

In der **EP-A 0 515 096** wird eine koextrudierte, mehrschichtige siegelfähige Polyesterfolie beschrieben, die auf der siegelfähigen Schicht ein zusätzliches Additiv enthält. Das Additiv kann z.B. anorganische Partikel enthalten und wird vorzugsweise in einer wässrigen Schicht an die Folie bei deren Herstellung herangetragen. Hierdurch soll die Folie die guten Siegeleigenschaften beibehalten und gut zu verarbeiten sein. Die Rückseite enthält nur sehr wenige Partikel, die hauptsächlich über das Regranulat in diese Schicht gelangen. Angaben zum Siegeltemperaturbereich der Folie werden auch in dieser Schrift nicht gemacht. Die Siegelnahtfestigkeit wird bei 140 °C gemessen und beträgt mehr als 200 N/m (3 N/15 mm). Für eine 3 µm dicke Siegelschicht wird eine Siegelnahtfestigkeit von 275 N/m (4,125 N/15 mm) angegeben.

In der **WO 98/06575** wird eine koextrudierte mehrschichtige Polyesterfolie beschrieben, die eine siegelfähige Deckschicht und eine nicht siegelfähige Basisschicht enthält. Die Basisschicht kann dabei aus einer oder mehreren Schichten aufgebaut sein, wobei die innere der Schichten mit der siegelfähigen Schicht in Kontakt ist. Die andere (äußere) Schicht bildet dann die zweite nicht siegelfähige Deckschicht. Die siegelfähige Deckschicht kann auch hier aus isophthalsäurehaltigen und terephthalsäurehaltigen Copolyestern bestehen, die jedoch keine Antiblockteilchen enthalten. Die Folie enthält außerdem noch mindestens einen UV-Absorber, der der Basisschicht in einem Gewichtsverhältnis von 0,1 bis 10 % zugegeben wird. Als UV Absorber werden dabei vorzugsweise Triazine, z.B. ®Tinuvin 1577 der Fa. Ciba Geigy (Basel, Schweiz) verwendet. Die Basisschicht ist mit üblichen Antiblockmitteln ausgestattet. Die Folie zeichnet sich durch eine gute Siegelfähigkeit aus, hat jedoch nicht das gewünschte Verarbeitungsverhalten und weist zudem Defizite in den optischen Eigenschaften auf. Die Folie kann zudem eine matte Oberfläche aufweisen, sie besitzt dann aber eine hohe Trübung, die unerwünscht ist.

In der **DE-A 2346 787** ist ein schwerentflammbarer Rohstoff beschrieben. Neben dem Rohstoff ist auch die Verwendung des Rohstoffs zu Folien und Fasern beansprucht. Bei

der Herstellung von Folie mit diesem beanspruchten phospholanmodifizierten Rohstoff zeigten sich folgende Defizite:

- Der genannte Rohstoff ist hydrolyseempfindlich und muss sehr gut vorgetrocknet werden. Beim Trocknen des Rohstoffes mit Trocknern, die dem Stand der Technik entsprechen, verklebt der Rohstoff, so daß nur unter schwierigsten Bedingungen eine Folie herstellbar ist.
- Die unter unwirtschaftlichen Bedingungen hergestellten Folien verspröden bei Temperaturbelastungen, d.h. die mechanischen Eigenschaften gehen aufgrund der Versprödung stark zurück, so daß die Folie unbrauchbar ist. Bereits nach 48 Stunden Temperaturbelastung tritt diese Versprödung auf.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine weiße, siegelfähige, flammhemmend ausgerüstete und biaxial orientierte Polyesterfolie bereitzustellen, die die Nachteile der genannten Folien nach dem Stand der Technik nicht aufweist und sich insbesondere durch eine sehr gute Siegelfähigkeit, eine wirtschaftliche Herstellung, eine verbesserte Verarbeitbarkeit und verbesserte optische Eigenschaften auszeichnet. Vor allem sollte sie eine flammhemmende Wirkung und keine Versprödung nach Temperaturbelastung aufweisen.

Es war Aufgabe der vorliegenden Erfindung, den Siegelbereich der Folie auf niedrige Temperaturen zu erweitern, die Siegelnahtfestigkeit der Folie zu erhöhen und gleichzeitig für ein verbessertes Handling der Folie zu sorgen als es nach dem Stand der Technik bekannt ist. Außerdem muss gewährleistet sein, daß die Folie auch auf schnelllaufenden Verarbeitungsmaschinen verarbeitet werden kann. Bei der Herstellung der Folie soll immanent anfallendes Regenerat in einer Konzentration bis zu 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Folie, der Extrusion zugeführt werden können, ohne daß dabei die physikalischen Eigenschaften der Folie nennenswert negativ beeinflusst werden.

Eine flammhemmende Wirkung bedeutet, daß die Folie in einer sogenannten Brandschutzprüfung die Bedingungen nach DIN 4102 Teil 2 und insbesondere die Bedingungen nach DIN 4102 Teil 1 erfüllt und in die Baustoffklasse B2 und insbesondere B1 der schwer entflammaren Stoffe eingeordnet werden kann.

5

Desweiteren soll die Folie den UL-Test 94 "Vertical Burning Test for Flammability of Plastic Material" bestehen, so daß sie in die Klasse 94 VTM-0 eingestuft werden kann. Das bedeutet, daß die Folie 10 Sekunden nach Wegnahme des Bunsenbrenners nicht mehr brennt, nach 30 Sekunden kein Glühen beobachtet wird und auch kein Abtropfen festgestellt wird.

10

Zu den guten mechanischen Eigenschaften zählt unter anderem eine hoher E-Modul ($E_{MD} > 3200 \text{ N/mm}^2$; $E_{TD} > 3500 \text{ N/mm}^2$) sowie gute Reißfestigkeitswerte (in MD $> 100 \text{ N/mm}^2$; in TD $> 130 \text{ N/mm}^2$).

15

Zu der wirtschaftlichen Herstellung zählt, daß die Rohstoffe bzw. die Rohstoffkomponenten, die zur Herstellung der schwer entflammaren Folie benötigt werden, mit handelsüblichen Industrietrocknern, wie z.B. Vakuumtrockner, Wirbelschichttrockner, Fließbettrockner und Festbettrockner (Schachttrockner) getrocknet werden können. Wesentlich ist, daß die Rohstoffe nicht verkleben und nicht thermisch abgebaut werden.

20

Keine Versprödungen bei kurzer Temperaturbelastung bedeutet, daß die Folie nach 100 Stunden Tempervorgang bei 100 °C in einem Umluftofen keine Versprödung und keine schlechten mechanischen Eigenschaften aufweist.

25

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Bereitstellung einer weißen, siegelfähigen, flammhemmend ausgerüsteten, biaxial orientierten Polyesterfolie mit mindestens einer

Basisschicht B, einer siegelfähigen Deckschicht A und einer weiteren Deckschicht C gelöst, wobei die siegelfähige Deckschicht A eine Siegelanspringtemperatur von $\leq 110^\circ\text{C}$, eine Siegelnahtfestigkeit von $\geq 1,3 \text{ N/15 mm}$ aufweist. Bevorzugt weist die Deckschicht A darüber hinaus noch folgende Eigenschaften auf: eine mittlere Rauigkeit R_a kleiner 30
5 nm, einen Messwertbereich für die Gasströmung von 500 - 4000 s und einen Glanz von größer 120 (Messwinkel 20°).

Die nicht siegelfähige Deckschicht C weist bevorzugt einen Reibungskoeffizienten COF kleiner 0,5, eine mittlere Rauigkeit R_a von 40 - 100 nm, einen Messwertbereich für die
10 Gasströmung von kleiner 120 s, einen Glanz von kleiner 100 (Messwinkel 20°) und eine Anzahl von Erhebungen N pro mm^2 Folienoberfläche auf, die mit der jeweiligen Höhe h über folgende Gleichungen korreliert sind:

$$A_{C1} - B_{C1} * \log h/\mu\text{m} < N_C/\text{mm}^2 < A_{C2} - B_{C2} * \log h/\mu\text{m}$$

$$0,01 \mu\text{m} < h < 10 \mu\text{m}$$

15

$$\begin{aligned} A_{C1} &= 0,29 & B_{C1} &= 3,30 \\ A_{C2} &= 1,84; & B_{C2} &= 2,70 \end{aligned}$$

Die Polyesterfolie hat bevorzugt einen Weißgrad von größer 70 und eine planare Orientierung von kleiner 0,165 und erfüllt die Baustoffklassen B2 und B1 nach DIN 4101
20 Teil 2/Teil 1 und besteht den UL-Test 94.

Die Folie gemäß der Erfindung enthält mindestens ein Flammschutzmittel, das über die sogenannte Masterbatch-Technologie direkt bei der Folienherstellung zudosiert wird, wobei die Konzentration des Flammschutzmittels im Bereich von 0,5 bis 30,0 Gew.-%, vorzugsweise von 1,0 bis 20,0 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Schicht des
25 kristallisierbaren Thermoplasten, liegt. Bei der Herstellung des Masterbatchs wird im allgemeinen ein Verhältnis von Flammschutzmittel zu Thermoplast im Bereich von 60 zu 40 Gew.-% bis 10 zu 90 Gew.-% eingehalten.

- 7 -

Zu den typischen Flammenschutzmitteln gehören Bromverbindungen, Chlorparaffine und andere Chlorverbindungen, Antimontrioxid, Aluminiumtrihydrate, wobei die Halogenverbindungen aufgrund der entstehenden halogenhaltigen Nebenprodukte nachteilig sind. Des weiteren ist die geringe Lichtbeständigkeit einer damit ausgerüsteten Folie neben der Entwicklung von Halogenwasserstoffen im Brandfall extrem nachteilig.

Geeignete Flammenschutzmitteln, die gemäß der Erfindung eingesetzt werden, sind beispielsweise organische Phosphorverbindungen wie Carboxyphosphinsäuren, deren Anhydride und Dimethyl-methylphosphonat. Erfindungswesentlich ist, daß die organische Phosphorverbindung im Thermoplast löslich ist, da andernfalls die geforderten optischen Eigenschaften nicht erfüllt werden.

Da die Flammenschutzmittel im allgemeinen eine gewisse Hydrolyseempfindlichkeit aufweisen, kann der zusätzliche Einsatz eines Hydrolysestabilisators sinnvoll sein.

Als Hydrolysestabilisator werden im allgemeinen phenolische Stabilisatoren, Alkali-/Erdalkalistearate und/oder Alkali-/Erdalkalicarbonate in Mengen von 0,01 bis 1,0 Gew.-% eingesetzt. Phenolische Stabilisatoren werden in einer Menge von 0,05 bis 0,6 Gew.-%, insbesondere 0,15 bis 0,3 Gew.-% und mit einer Molmasse von mehr als 500 g/mol bevorzugt. Pentaerythrityl-Tetrakis-3-(3,5-di-Tertiärbutyl-4-Hydroxyphenyl)-Propionat oder 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-Tertiärbutyl-4-Hydroxybenzyl)benzol sind besonders vorteilhaft.

Erfindungsgemäß ist die Folie zumindest dreischichtig und umfaßt dann als Schichten die Basisschicht B, die siegelfähige Deckschicht A und die Deckschicht C.

Die Basisschicht B der Folie besteht bevorzugt zu mindestens 90 Gew.-% aus einem thermoplastischen Polyester. Dafür geeignet sind Polyester aus Ethylenglykol und

Terephthalsäure (= Polyethylenterephthalat, PET), aus Ethylenglykol und Naphthalin-2,6-dicarbonsäure (= Polyethylen-2,6-naphthalat, PEN), aus 1,4-Bis-hydroxymethyl-cyclohexan und Terephthalsäure (= Poly-1,4-cyclohexandimethylenterephthalat, PCDT) sowie aus Ethylenglykol, Naphthalin-2,6-dicarbonsäure und Biphenyl-4,4'-dicarbonsäure (= Polyethylen-2,6-naphthalatbibenzoat, PENBB). Besonders bevorzugt sind Polyester, die zu mindestens 90 Mol-%, bevorzugt mindestens 95 Mol-%, aus Ethylenglykol- und Terephthalsäure-Einheiten oder aus Ethylenglykol- und Naphthalin-2,6-dicarbonsäure-Einheiten bestehen. Die restlichen Monomereinheiten stammen aus anderen aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Diolen bzw. Dicarbonsäuren, wie sie auch in der Schicht A (oder der Schicht C) vorkommen können.

Geeignete andere aliphatische Diole sind beispielsweise Diethylenglykol, Triethylenglykol, aliphatische Glykole der allgemeinen Formel $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n-\text{OH}$, wobei n eine ganze Zahl von 3 bis 6 darstellt (insbesondere Propan-1,3-diol, Butan-1,4-diol, Pentan-1,5-diol und Hexan-1,6-diol) oder verzweigte aliphatische Glykole mit bis zu 6 Kohlenstoff-Atomen. Von den cycloaliphatischen Diolen sind Cyclohexandiole (insbesondere Cyclohexan-1,4-diol) zu nennen. Geeignete andere aromatische Diole entsprechen beispielsweise der Formel $\text{HO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{X}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OH}$, wobei X für $-\text{CH}_2-$, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$, $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$, $-\text{O}-$, $-\text{S}-$ oder $-\text{SO}_2-$ steht. Daneben sind auch Bisphenole der Formel $\text{HO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OH}$ gut geeignet.

Andere aromatische Dicarbonsäuren sind bevorzugt Benzoldicarbonsäuren, Naphthalindicarbonsäuren (beispielsweise Naphthalin-1,4- oder 1,6-dicarbonsäure), Biphenyl-x,x'-dicarbonsäuren (insbesondere Biphenyl-4,4'-dicarbonsäure), Diphenylacetylen-x,x'-dicarbonsäuren (insbesondere Diphenylacetylen-4,4'-dicarbonsäure) oder Stilben-x,x'-dicarbonsäuren. Von den cycloaliphatischen Dicarbonsäuren sind Cyclohexandicarbonsäuren (insbesondere Cyclohexan-1,4-dicarbonsäure) zu nennen. Von den aliphatischen Dicarbonsäuren sind die (C_3-C_{19}) Alkandisäuren besonders geeignet, wobei der Alkanteil geradkettig oder verzweigt sein kann.

Die Herstellung der Polyester kann z.B. nach dem Umesterungsverfahren erfolgen. Dabei geht man von Dicarbonsäureestern und Diolen aus, die mit den üblichen Umesterungskatalysatoren, wie Zink-, Calcium-, Lithium-, Magnesium- und Mangan-Salzen, umgesetzt werden. Die Zwischenprodukte werden dann in Gegenwart allgemein üblicher Polykondensationskatalysatoren, wie Antimontrioxid oder Titan-Salzen, polykondensiert. Die Herstellung kann ebenso gut nach dem Direktveresterungsverfahren in Gegenwart von Polykondensationskatalysatoren erfolgen. Dabei geht man direkt von den Dicarbonsäuren und den Diolen aus.

- 10 Die durch Koextrusion auf die Basisschicht B aufgebrachte siegelfähige Deckschicht A ist auf Basis von Polyester copolymeren aufgebaut und besteht im wesentlichen aus Copolyestern, die überwiegend aus Isophthalsäure- und Terephthalsäure-Einheiten und aus Ethylenglykol-Einheiten zusammengesetzt sind. Die restlichen Monomereinheiten stammen aus anderen aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Diolen bzw.
- 15 Dicarbonsäuren, wie sie auch in der Basisschicht vorkommen können. Die bevorzugten Copolyester, die die gewünschten Siegeleigenschaften bereitstellen, sind solche, die aus Ethylenterephthalat- und Ethylenisophthalat-Einheiten und aus Ethylenglykol-Einheiten aufgebaut sind. Der Anteil an Ethylenterephthalat beträgt 40 bis 95 Mol-% und der entsprechende Anteil an Ethylenisophthalat 60 bis 5 Mol-%. Bevorzugt sind Copolyester,
- 20 bei denen der Anteil an Ethylenterephthalat 50 bis 90 Mol-% und der entsprechende Anteil an Ethylenisophthalat 50 bis 10 Mol-% beträgt und ganz bevorzugt sind Copolyester, bei denen der Anteil an Ethylenterephthalat 60 bis 85 Mol-% und der entsprechende Anteil an Ethylenisophthalat 40 bis 15 Mol-% beträgt.
- 25 Für die andere, nicht siegelfähige Deckschicht C oder für eventuell vorhandene Zwischenschichten können prinzipiell die gleichen Polymere verwendet werden, wie zuvor für die Basisschicht B beschrieben wurde.

Die gewünschten Siegel- und die gewünschten Verarbeitungseigenschaften der erfindungsgemäßen Folie werden aus der Kombination der Eigenschaften des verwendeten Copolyesters für die siegelfähige Deckschicht und den Topographien der siegelfähigen Deckschicht A und der nicht siegelfähigen Deckschicht C erhalten.

5

Die Siegelanspringtemperatur von $\leq 110^\circ\text{C}$ und der Siegelnahtfestigkeit von $\geq 1,3\text{ N/15mm}$ wird erreicht, wenn für die siegelfähige Deckschicht A die oben näher beschriebene Copolymere verwendet werden. Die besten Siegeleigenschaften der Folie erhält man, wenn dem Copolymeren keine weiteren Additive, insbesondere keine anorganische oder organische Filler zugegeben werden. Für diesen Fall erhält man bei vorgegebenem Copolyester die niedrigste Siegelanspringtemperatur und die höchsten Siegelnahtfestigkeiten. Allerdings ist in diesem Fall das Handling der Folie schlecht, da die Oberfläche der siegelfähigen Deckschicht A stark zum Verblocken neigt. Die Folie lässt sich kaum wickeln und ist für eine Weiterverarbeitung auf schnelllaufenden Verpackungsmaschinen nicht geeignet. Zur Verbesserung des Handlings der Folie und der Verarbeitbarkeit ist es notwendig, die siegelfähige Deckschicht A zu modifizieren. Dies geschieht am besten mit Hilfe von geeigneten Antiblockmitteln einer ausgewählten Größe, die in einer bestimmten Konzentration der Siegelschicht zugegeben werden und zwar derart, daß einerseits das Verblocken minimiert und andererseits die Siegeleigenschaften nur unwesentlich verschlechtert werden. Diese gewünschte Eigenschaftskombination lässt sich erreichen, wenn die Topographie der siegelfähigen Deckschicht A bevorzugt durch den folgenden Satz von Parametern gekennzeichnet ist:

10

15

20

25

- Die Rauigkeit der siegelfähigen Deckschicht, gekennzeichnet durch den R_a -Wert, sollte kleiner als 30 nm sein. Im anderen Fall werden die Siegeleigenschaften im Sinne der vorliegenden Erfindung negativ beeinflusst.
- Der Messwert der Gasströmung sollte im Bereich von 500-4000 s liegen. Bei Werten unterhalb von 500 s werden die Siegeleigenschaften im Sinne der

vorliegenden Erfindung negativ beeinflusst und bei Werten oberhalb von 4000 s wird das Handling der Folie schlecht.

Um das Verarbeitungsverhalten der siegelfähigen Folie weiterhin zu verbessern, sollte die Topographie der nicht siegelfähigen Deckschicht C bevorzugt durch den folgenden Satz von Parametern gekennzeichnet sein:

- Der Reibungskoeffizient (COF) dieser Seite gegen sich selbst sollte kleiner als 0,5 sein. Andernfalls ist das Wickelverhalten und die Weiterverarbeitung der Folie unbefriedigend.
- Die Rauigkeit der nicht siegelfähigen Deckschicht, gekennzeichnet durch den R_a -Wert, sollte ≥ 40 nm und ≤ 100 nm sein. Kleinere Werte als 40 nm haben negative Auswirkungen auf das Wickel- und Verarbeitungsverhalten der Folie und größere Werte als 100 nm beeinträchtigen die optischen Eigenschaften (Glanz) der Folie.
- Der Messwert der Gasströmung sollte im Bereich unterhalb von 120 s liegen. Bei Werten ab 120 s wird das Wickel- und das Verarbeitungsverhalten der Folie negativ beeinflusst.
- Die Anzahl der Erhebungen N pro mm^2 Folienoberfläche ist mit der jeweiligen Höhe h über die folgende Gleichung korreliert:

$$0,29 - 3,30 * \log h/\mu\text{m} < \log N/\text{mm}^2 < 1,84 - 2,70 * \log h/\mu\text{m}$$

$$0,01 \mu\text{m} < h < 10 \mu\text{m}$$

Sind die Werte für N kleiner als der linken Seite der Gleichung entspricht, so wird das Wickel- und das Verarbeitungsverhalten der Folie negativ beeinflusst, sind die Werte für N größer als es der rechten Seite der Gleichung entspricht, so wird der Glanz der Folie negativ beeinflusst.

In der dreischichtigen Ausführungsform ist das Flammenschutzmittel vorzugsweise in der nicht siegelfähigen Deckschicht C enthalten. Jedoch kann nach Bedarf auch die Basisschicht B oder auch die siegelfähige Deckschicht A mit Flammenschutzmitteln

ausgerüstet sein. Die Konzentration des oder der Flammschutzmittels(n) bezieht sich dabei auf das Gewicht der Thermoplasten in der mit Flammschutzmitteln ausgerüsteten Schicht.

5 Ganz überraschend haben Brandschutzversuche nach DIN 4102 und dem UL-Test gezeigt, daß es im Falle einer dreischichtigen Folie durchaus ausreichend ist, die 0,3 bis 2,5 µm dicke(n) Deckschicht(en) mit Flammschutzmittel auszurüsten, um eine verbesserte Flammhemmung zu erreichen. Bei Bedarf und bei hohen Brandschutzanforderungen kann auch die Kernschicht mit Flammschutzmittel ausgerüstet sein, d.h. eine sogenannte Grundausrüstung beinhalten.

10 Dadurch werden die mit der bekannten Koextrusionstechnologie hergestellten schwer entflammaren, mehrschichtigen Folien im Vergleich zu den komplett in hohen Konzentrationen ausgerüsteten Monofolien wirtschaftlich interessant, da deutlich weniger Flammschutzmittel benötigt wird.

15 Erfindungsgemäß wird das Flammschutzmittel über die Masterbatch-Technologie zugegeben. Das Flammschutzmittel wird in einem Trägermaterial voll dispergiert. Als Trägermaterial kommen das Polyethylenterephthalat oder auch andere Polymere, die mit dem Polyethylenterephthalat verträglich sind, in Frage.

20 Wichtig bei der Masterbatch-Technologie ist, daß die Korngröße und das Schüttgewicht des Masterbatches ähnlich der Korngröße und dem Schüttgewicht des Thermoplasten ist, so daß eine homogene Verteilung und damit eine homogene Schwerentflammbarkeit erfolgen kann.

25 Erfindungswesentlich ist, daß das Masterbatch, welches das Flammschutzmittel und gegebenenfalls den Hydrolysestabilisator enthält, vorkristallisiert bzw. vorgetrocknet wird. Diese Vortrocknung beinhaltet ein gradielles Erhitzen des Masterbatches unter reduziertem

Druck (20 bis 80 mbar, vorzugsweise 30 bis 60 mbar, insbesondere 40 bis 50 mbar) und unter Rühren und gegebenenfalls ein Nachtrocknen bei konstanter, erhöhter Temperatur ebenfalls unter reduziertem Druck. Das Masterbatch wird vorzugsweise bei Raumtemperatur aus einem Dosierbehälter in der gewünschten Abmischung zusammen mit den Polymeren der Basis- und/oder Deckschichten und ggf. anderen Rohstoffkomponenten chargenweise in einem Vakuumtrockner, der im Laufe der Trocken- bzw. Verweilzeit ein Temperaturspektrum von 10 °C bis 160 °C, vorzugsweise 20 °C bis 150 °C, insbesondere 30 °C bis 130 °C durchläuft, gefüllt. Während der ca. 6-stündigen, vorzugsweise 5-stündigen, insbesondere 4-stündigen Verweilzeit wird die Rohstoffmischung mit 10 bis 70 Upm, vorzugsweise 15 bis 65 Upm, insbesondere 20 bis 60 Upm gerührt. Das so vorkristallisierte bzw. vorgetrocknete Rohstoffgemisch wird in einem nachgeschalteten ebenfalls evakuierten Behälter bei 90 bis 180 °C, vorzugsweise 100 °C bis 170 °C, insbesondere 110 °C bis 160 °C für 2 bis 8 Stunden, vorzugsweise 3 bis 7 Stunden, insbesondere 4 bis 6 Stunden nachgetrocknet.

Die Basisschicht B kann zusätzlich übliche Additive, wie beispielsweise Stabilisatoren und/oder Antiblockmittel enthalten. Die beiden anderen Schichten A und C enthalten ebenfalls zusätzlich übliche Additive, wie beispielsweise Stabilisatoren und/oder Antiblockmittel. Sie werden zweckmäßig dem Polymer bzw. der Polymermischung bereits vor dem Aufschmelzen zugesetzt. Als Stabilisatoren werden beispielsweise Phosphorverbindungen, wie Phosphorsäure oder Phosphorsäureester, eingesetzt.

Typische Antiblockmittel (in diesem Zusammenhang auch als Pigmente bezeichnet) sind anorganische und/oder organische Partikel, beispielsweise Calciumcarbonat, amorphe Kieselsäure, Talk, Magnesiumcarbonat, Bariumcarbonat, Calciumsulfat, Bariumsulfat, Lithiumphosphat, Calciumphosphat, Magnesiumphosphat, Aluminiumoxid, LiF, Calcium-, Barium-, Zink- oder Mangan-Salze der eingesetzten Dicarbonsäuren, Ruß, Titandioxid, Kaolin oder vernetzte Polystyrol- oder Acrylat-Partikel.

Als Antiblockmittel können auch Mischungen von zwei und mehreren verschiedenen Antiblockmitteln oder Mischungen von Antiblockmitteln gleicher Zusammensetzung, aber unterschiedlicher Partikelgröße gewählt werden. Die Partikel können den einzelnen Schichten in den jeweils vorteilhaften Konzentrationen, z.B. als glykolische Dispersion während der Polykondensation oder über Masterbatche bei der Extrusion zugegeben werden.

Bevorzugte Partikel sind SiO_2 in kolloidaler und in kettenartiger Form. Diese Partikel werden sehr gut in die Polymermatrix eingebunden und erzeugen nur geringfügig Vakuolen. Die Partikeldurchmesser der eingesetzten Teilchen sind prinzipiell nicht eingeschränkt. Für die Lösung der Aufgabe hat es sich jedoch als zweckmäßig erwiesen, Teilchen mit einem mittleren Primärpartikeldurchmesser von kleiner als 100 nm, bevorzugt kleiner als 60 nm und besonders bevorzugt kleiner als 50 nm und/oder Teilchen mit einem mittleren Primärpartikeldurchmesser von größer als 1 μm , bevorzugt größer als 1,5 μm und besonders bevorzugt größer als 2 μm zu verwenden. Diese zuletzt beschriebenen Teilchen sollten jedoch keinen mittleren Partikeldurchmesser aufweisen, der größer ist als 5 μm .

Zur Erzielung der vorgenannten Eigenschaften, insbesondere des gewünschten Weißgrades der Folie, enthält die Basisschicht die dazu notwendige Pigmentierung. Geeignete Weißpigmente sind vorzugsweise Titandioxid, Bariumsulfat, Calciumcarbonat, Kaolin, Siliciumdioxid, wobei Titandioxid und Bariumsulfat bevorzugt sind. Hierbei hat es sich als besonders günstig erwiesen, Bariumsulfat in einer Korngröße von 0,3-0,8 μm , vorzugsweise 0,4-0,7 μm auszuwählen. Die Folie erhält hierdurch ein brillantes weißes Aussehen, ohne gelbstichig zu sein.

Das Weißpigment wird ebenfalls bevorzugt über die Masterbatch-Technologie zudosiert, kann aber auch direkt beim Rohstoffhersteller eingearbeitet werden. Die Konzentration des Weißpigments liegt zwischen 12 Gew.-% und 40 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 14

- 15 -

Gew.-% und 35 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 16 Gew.-% und 25 Gew.-% bezogen auf das Gewicht der Schicht des verwendeten Polyesters.

5 In der vorteilhaften Verwendungsform besteht die Folie aus drei Schichten, der Basisschicht B und beidseitig auf dieser Basisschicht aufgetragenen Deckschichten A und C, wobei die Deckschicht A gegen sich selbst und gegen die Deckschicht C siegelfähig ist.

10 Zur Erzielung des genannten Eigenschaftsprofils der Folie weist die Deckschicht C mehr Pigmente (d.h. höhere Pigmentkonzentration) als die Deckschicht A auf. Die Pigmentkonzentration in dieser zweiten Deckschicht C liegt zwischen 0,1 und 1,0 %, vorteilhaft zwischen 0,12 und 0,8 % und insbesondere zwischen 0,15 und 0,6 %. Die andere, der Deckschicht C gegenüberliegenden, siegelfähige Deckschicht A ist dagegen weniger mit inerten Pigmenten gefüllt. Die Konzentration der inerten Partikel in der Schicht A liegt zwischen 0,01 und 0,2 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,015 und 0,15 Gew.-% und insbesondere zwischen 0,02 und 0,1 Gew.-%.

20 Zwischen der Basisschicht und den Deckschichten kann sich gegebenenfalls jeweils noch eine Zwischenschicht befinden. Diese kann wiederum aus den für die Basisschichten beschriebenen Polymeren bestehen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform besteht sie aus dem für die Basisschicht verwendeten Polyester. Sie kann auch die beschriebenen üblichen Additive enthalten. Die Dicke der Zwischenschicht ist im allgemeinen größer als 0,3 µm und liegt vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 15 µm, insbesondere im Bereich von 1,0 bis 10 µm und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 1,0 bis 5 µm.

25 Bei der besonders vorteilhaften dreischichtigen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Folie ist die Dicke der Deckschichten A und C im allgemeinen größer als 0,1 µm und liegt allgemein im Bereich von 0,2 bis 4,0 µm, vorteilhaft im Bereich von 0,2 bis 3,5 µm,

insbesondere im Bereich von 0,3 bis 3 μm und ganz besonders bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 2,5 μm , wobei die Deckschichten A und C gleich oder verschieden dick sein können.

- 5 Die Gesamtdicke der erfindungsgemäßen Polyesterfolie kann variieren. Sie beträgt 5 bis 350 μm , insbesondere 5 bis 300 μm , vorzugsweise 5 bis 250 μm , wobei die Schicht B einen Anteil von vorzugsweise 5 bis 90 % an der Gesamtdicke hat.

- 10 Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Polyesterfolie nach dem an sich bekannten Koextrusionsverfahren.

- 15 Die Polymere für die Basisschicht B und die beiden Deckschichten A und C werden drei Extrudern zugeführt. Etwa vorhandene Fremdkörper oder Verunreinigungen lassen sich aus der Polymerschmelze vor der Extrusion abfiltrieren. Die Schmelzen werden dann in einer Mehrschichtdüse zu flachen Schmelzefilmen ausgeformt und übereinander geschichtet. Anschließend wird der Mehrschichtfilm mit Hilfe einer Kühlwalze und gegebenenfalls weiteren Walzen abgezogen und verfestigt.

- 20 Die Folie wird anschließend biaxial gestreckt (orientiert), thermofixiert und gegebenenfalls an der zur Behandlung vorgesehenen Oberflächenschicht corona- oder flammbehandelt.

- 25 Die biaxiale Verstreckung wird im allgemeinen sequentiell durchgeführt. Dabei wird vorzugsweise erst in Längsrichtung (d.h. in Maschinenrichtung, = MD-Richtung) und anschließend in Querrichtung (d.h. senkrecht zur Maschinenrichtung, = TD-Richtung) verstreckt. Dies führt zu einer Orientierung der Molekülketten. Das Verstrecken in Längsrichtung lässt sich mit Hilfe zweier entsprechend dem angestrebten Streckverhältnis verschieden schnell laufenden Walzen durchführen. Zum Querverstrecken benutzt man allgemein einen entsprechenden Kluppenrahmen.

Die Temperatur, bei der die Verstreckung durchgeführt wird, kann in einem relativ großen Bereich variieren und richtet sich nach den gewünschten Eigenschaften der Folie. Im allgemeinen wird die Längsstreckung bei 80 bis 130 °C und die Querstreckung bei 90 bis 150 °C durchgeführt. Das Längsstreckverhältnis liegt allgemein im Bereich von 2,5:1 bis 6:1, bevorzugt von 3:1 bis 5,5:1. Das Querstreckverhältnis liegt allgemein im Bereich von 3,0:1 bis 5,0:1, bevorzugt von 3,5:1 bis 4,5:1. Vor der Querstreckung kann man eine oder beide Oberfläche(n) der Folie nach den bekannten Verfahren in-line beschichten. Die In-Line-Beschichtung kann beispielsweise zu einer verbesserten Haftung der Metallschicht oder einer eventuell aufgetragenen Druckfarbe, aber auch zur Verbesserung des antistatischen Verhaltens oder des Verarbeitungsverhaltens dienen.

Für die Herstellung einer Folie mit sehr guten Siegeleigenschaften hat es sich als günstig erwiesen, wenn die planare Orientierung p der Folie kleiner ist als $\Delta p = 0,165$, besonders aber kleiner ist als $\Delta p = 0,163$. In diesem Fall ist die Festigkeit der Folie in Dickenrichtung so groß, daß bei der Messung der Siegelnahtfestigkeit definitiv die Siegelnaht aufgetrennt wird und die Folie nicht einreißt und weiterreißt.

Es hat sich herausgestellt, daß die wesentlichen Einflussgrößen auf die planare Orientierung Δp die Verfahrensparameter in der Längsstreckung und in der Querstreckung sind, sowie der SV-Wert (standard viscosity) des verwendeten Rohstoffes. Zu den Verfahrensparametern gehören insbesondere die Streckverhältnisse in Längs- und in Querrichtung (λ_{MD} und λ_{TD}), die Strecktemperaturen in Längs- und in Querrichtung (T_{MD} und T_{TD}), die Folienbahngeschwindigkeit und die Art der Streckung, insbesondere diejenige in Längsrichtung der Maschine. Erhält man beispielsweise mit einer Maschine eine planare Orientierung von $\Delta p = 0,167$ mit dem Parametersatz $\lambda_{MD} = 4,8$ und $\lambda_{TD} = 4,0$, die Strecktemperaturen in Längs- und in Querrichtung $T_{MD} = 80 - 118$ °C und $T_{TD} = 80 - 125$ °C, so erhält man durch Erhöhung der Längsstrecktemperatur auf $T_{MD} = 80 - 125$ °C oder durch Erhöhung der Querstrecktemperatur auf $T_{TD} = 80 - 135$ °C oder durch Absenkung

- 18 -

des Längsstreckverhältnisses auf $\lambda_{MD} = 4,3$ oder durch Absenkung des Querstreckverhältnisses auf $\lambda_{TD} = 3,7$ eine planare Orientierung Δp , die im gewünschten Bereich liegt. Die Folienbahngeschwindigkeit betrug hierbei 340 m/min und der SV-Wert (standard viscosity) des Materials etwa 730. Die genannten Daten beziehen sich bei der

5 Längsstreckung auf die sogenannte N-TEP Streckung, die sich zusammensetzt aus einem niedrig orientierenden Streckschritt (LOE = Low Orientation Elongation) und einem hoch orientierenden Streckschritt (REP = Rapid Elongation Process). Bei anderen Streckwerken ergeben sich prinzipiell die gleichen Verhältnisse, jedoch können die Zahlenwerte für die jeweiligen Verfahrensparameter leicht verschieden sein. Die angegebenen Temperaturen

10 beziehen sich bei der Längsstreckung auf die jeweiligen Walzentemperaturen und bei der Querstreckung auf die Folientemperaturen, die mittels Infrarot gemessen wurden.

Bei der nachfolgenden Thermofixierung wird die Folie etwa 0,1 bis 10 s lang bei einer Temperatur von 150 bis 250 °C gehalten. Anschließend wird die Folie in üblicher Weise

15 aufgewickelt.

Bevorzugt wird/werden nach der biaxialen Streckung eine oder beide Oberfläche/n der Folie nach einer der bekannten Methoden corona- oder flammbehandelt. Die Behandlungsintensität liegt im allgemeinen im Bereich von über 45 mN/m.

20

Zur Einstellung weiterer gewünschter Eigenschaften kann die Folie zusätzlich beschichtet werden. Typische Beschichtungen sind haftvermittelnde, antistatisch, schlupfverbessernd oder dehäisiv wirkende Schichten. Es bietet sich an, diese zusätzliche Schichten über inline coating mittels wässriger Dispersionen vor dem Streckschritt in Querrichtung auf die Folie

25 aufzubringen.

Die erfindungsgemäße Folie zeichnet sich durch eine hervorragende Siegelfähigkeit, eine schwere Entflammbarkeit, ein sehr gutes Handling und durch ein sehr gutes

Verarbeitungsverhalten aus. Bei der Folie siegelt die siegelfähige Deckschicht A nicht nur gegen sich selbst (fin sealing), sondern auch gegen die nicht siegelfähige Deckschicht C (lap sealing). Bei der lap sealing ist die Siegelanspringtemperatur lediglich um ca. 10 K nach oben verschoben und die Siegelnahtfestigkeit ist um nicht mehr als 0,3 N/15 mm verschlechtert.

Bei der Herstellung der Folie wurde festgestellt, daß sich mittels Masterbatch-Technologie, einer geeigneten Vortrocknung bzw. Vorkristallisation des Masterbatches und durch Einsatz von geringen Konzentrationen an Hydrolysestabilisator die schwer entflammbare Folie ohne Verklebung im Trockner herstellen lässt. Des Weiteren wurden keine Ausgasungen und Ablagerungen im Produktionsprozess gefunden.

Darüber hinaus ergaben Messungen, daß die erfindungsgemäße Folie bei Temperaturbelastungen von 100 °C über einen längeren Zeitraum nicht versprödet, was mehr als überraschend ist. Dieses Resultat ist auf die synergistische Wirkung von geeigneter Vorkristallisation, Vortrocknung, Masterbatch-Technologie und Hydrolysestabilisator zurückzuführen.

Desweiteren ist die erfindungsgemäße Folie ohne Umweltbelastung und ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften problemlos rezyklierbar, wodurch sie sich beispielsweise für die Verwendung als kurzlebige Werbeschilder, beim Messebau und für andere Werbeartikel, wo Brandschutz gewünscht wird, eignet.

Überraschenderweise erfüllen schon erfindungsgemäße Folien im Dickenbereich 5 – 350 µm die Baustoffklassen B2 und B1 nach DIN 4102 und dem UL-Test 94.

Außerdem besticht die Folie durch einen hervorragenden Weißgrad von >70 (nach Berger), der der Folie zusätzlich ein sehr attraktives, werbewirksames Aussehen verleiht.

- 20 -

Bei der Herstellung der Folie ist gewährleistet, daß das Regenerat in einer Konzentration von 20 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Folie, wieder der Extrusion zugeführt werden kann, ohne daß dabei die physikalischen Eigenschaften der Folie nennenswert negativ beeinflusst werden.

5

Die Folie eignet sich auf Grund ihrer hervorragenden Siegeleigenschaften, auf Grund ihres sehr guten Handlings und auf Grund ihrer sehr guten Verarbeitungseigenschaften insbesondere für die Verarbeitung auf schnellaufenden Maschinen.

- 10 Darüber hinaus eignet sich die Folie auf Grund ihrer hervorragender Eigenschaftskombinationen für eine Vielzahl verschiedener Anwendungen, beispielsweise für Innenraumverkleidungen, für Messebau und Messeartikel, als Displays, für Schilder, für Schutzverglasungen von Maschinen und Fahrzeugen, im Beleuchtungssektor, im Laden- und Regalbau, als Werbeartikel, als Kaschiermedium, für Gewächshäuser,
- 15 Überdachungen, Außenverkleidungen, Abdeckungen von Materialien, wie z.B. Stahlblechen, Anwendungen im Bausektor und Lichtwerbepprofile, Schattenmatten, Elektroanwendungen.

- 20 Die nachstehende Tabelle (Tabelle 1) fasst die wichtigsten erfindungsgemäßen Folieneigenschaften noch einmal zusammen.)

Tabelle 1

	Erfindungsgemäßer Bereich	bevorzugt	besonders bevorzugt	Einheit	Messmethode
Deckschicht A					
Siegelespringtemperatur	< 110	< 105	< 100	°C	intern
Siegelhaftfestigkeit	> 1,3	> 1,5	> 1,8	N/15 mm	intern
Mittlere Rauigkeit R _a	< 30	< 25	< 20	nm	DIN 4768, Cut-off von 0,25 mm
Meßwertbereich für die Gasströmung	500-4000	800-3500	1000-3000	sec	intern
Glanz, 20°	> 120	> 130	> 140		DIN 67 530
Deckschicht C					
COF	< 0,5	< 0,45	< 0,40		DIN 53 375
Mittlere Rauigkeit R _a	40-100	45-95	50-90	nm	DIN 4768, Cut-off von 0,25 mm
Messwertbereich für die Gasströmung	< 120	< 100	< 80	sec	intern
Glanz, 20°	> 140	> 150	> 160		DIN 67 530
weitere Folieneigenschaften					
Weißgrad	> 70	> 75	> 80		Berger
Planare Orientierung	< 0,165	< 0,163	< 0,160		intern
Brandverhalten	Die Folie erfüllt nach DIN 4102 Teil 2/Teil 1 die Baustoffklassen B2 und B1 und besteht den UL-Test 94				

5

10

15

20

Zur Charakterisierung der Rohstoffe und der Folien wurden die folgenden Messwerte benutzt:

Meßmethoden

5

SV (DCE), IV (DVE)

Die Standardviskosität SV (DCE) wird, angelehnt an DIN 53726, in Dichloressigsäure gemessen.

Die intrinsische Viskosität (IV) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität

10

$$IV (DCE) = 6,67 \cdot 10^{-4} SV (DCE) + 0,118$$

Siegelanspringtemperatur (Mindestsiegeltemperatur)

Mit dem Siegelgerät HSG/ET der Firma Brugger werden heißgesiegelte Proben (Siegelnaht 20 mm x 100 mm) hergestellt, wobei die Folie bei unterschiedlichen

15

Temperaturen mit Hilfe zweier beheizter Siegelbacken bei einem Siegeldruck von 2 bar und einer Siegeldauer von 0,5 s gesiegelt wird. Aus den gesiegelten Proben wurden Prüfstreifen von 15 mm Breite geschnitten. Die T-Siegelnahtfestigkeit wurde wie bei der Bestimmung der Siegelnahtfestigkeit gemessen. Die Siegelanspringtemperatur ist die Temperatur, bei der eine Siegelnahtfestigkeit von mindestens 0,5 N/15 mm erreicht

20

wird.

Siegelnahtfestigkeit

Zur Bestimmung der Siegelnahtfestigkeit wurden zwei 15 mm breite Folienstreifen übereinandergelegt und bei 130 °C, einer Siegelzeit von 0,5 s und einem Siegeldruck von 2 bar (Gerät: Brugger Typ NDS, einseitig beheizte Siegelbacke) versiegelt. Die Siegelnahtfestigkeit wurde nach der T-Peel-Methode bestimmt.

25

Reibung

Die Reibung wurde nach DIN 53 375 bestimmt. Die Gleitreibungszahl wurde 14 Tage nach der Produktion gemessen.

30

Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannung wurde mittels der sogenannten Tintenmethode (DIN 53 364) bestimmt.

5 Glanz

Der Glanz wurde nach DIN 67 530 bestimmt. Gemessen wurde der Reflektorwert als optische Kenngröße für die Oberfläche einer Folie. Angelehnt an die Normen ASTM-D 523-78 und ISO 2813 wurde der Einstrahlwinkel mit 20° eingestellt. Ein Lichtstrahl trifft unter dem eingestellten Einstrahlwinkel auf die ebene Prüffläche und wird von dieser reflektiert bzw. gestreut. Die auf den photoelektronischen Empfänger auffallenden Lichtstrahlen werden als proportionale elektrische Größe angezeigt. Der Messwert ist dimensionslos und muss mit dem Einstrahlwinkel angegeben werden.

Korngrößen auf Folienoberflächen

15 Die Bestimmung der Größenverteilung von Erhebungen auf Folienoberflächen erfolgt mit einem Rasterelektronenmikroskop und einem Bildanalysesystem. Verwendet wird das Rasterelektronenmikroskop XL30 CP der Fa. Philips mit einem integrierten Bildanalyseprogramm AnalySIS der Fa. Soft-Imaging System.

20 Für diese Messungen werden Folienproben flach auf einen Probenhalter aufgebracht. Anschließend werden diese unter einem Winkel α mit einer dünnen Metallschicht (z.B. aus Silber) schräg bedampft. Dabei ist α der Winkel zwischen Probenoberfläche und der Ausbreitungsrichtung des Metaldampfes. Durch diese Schrägbedampfung entsteht hinter der Erhebung ein Schattenwurf. Da die Schatten noch nicht elektrisch leitfähig sind, wird die Probe anschließend noch mit einem zweiten Metall (z.B. Gold) bedampft oder gesputtert, wobei die zweite Beschichtung senkrecht auf die Probenoberfläche trifft und somit bei der zweiten Beschichtung keine Schatten entstehen.

30 Die so präparierten Probenoberflächen werden in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) abgebildet. Die Schatten der Erhebungen sind infolge des Materialkontrastes

der Metalle sichtbar. Die Probe wird im REM so orientiert, daß die Schatten parallel zu einem Bildrand verlaufen. Für die Bildaufnahme werden folgende Bedingungen am REM eingestellt: Sekundärelektronendetektor, Arbeitsabstand 10 mm, Beschleunigungsspannung 10 kV und Spot 4,5. Die Helligkeit und Kontrast werden so
5 eingestellt, daß sämtliche Bildinformationen als Grauwerte dargestellt werden und die Intensität des Grundrauschens so klein ist, daß er nicht als Schatten detektiert wird. Die Länge der Schatten wird mit dem Bildanalyse ausgemessen. Der Schwellwert für die Schattenerkennung wird auf die Stelle gelegt, wo die 2. Ableitung der Grauwertverteilung des Bildes den Nullpunkt durchquert. Vor der Schattenerkennung
10 wird das Bild mit einem NxN-Filter (Größe 3, 1 Iteration) geglättet. Durch die Setzung eines Rahmens ("frame") wird sichergestellt, daß Erhebungen, die im Bild nicht vollständig abgebildet werden, nicht mitgemessen werden. Die Vergrößerung, die Rahmengröße und die Anzahl der ausgewerteten Bildern werden so gewählt, daß insgesamt 0,36 mm² Folienoberfläche ausgewertet werden.

15 Die Höhe der einzelnen Erhebungen wird aus den einzelnen Schattenlängen mit folgender Beziehung errechnet:

$$h = (\tan a) * L$$

wobei h die Höhe der Erhebung, a der Bedampfungswinkel und L die Schattenlänge
20 ist. Die so ermittelten Erhebungen werden in Klassen eingeteilt um zu einer Häufigkeitsverteilung zu kommen. Die Einteilung erfolgt in 0,05 mm breite Klassen zwischen 0 und 1 mm, wobei die kleinste Klasse (0 bis 0,05 mm) für weitere Auswertungen nicht verwendet wird. Die Durchmesser (Ausbreitung senkrecht zur Schattenwurfsrichtung) der Erhebungen werden in ähnlicher Weise in 0,2 mm breiten
25 Klassen von 0 bis 10 mm eingestuft, wobei auch hier die kleinste Klasse für die weitere Auswertung verwendet wird.

Oberflächengasströmungszeit

Das Prinzip des Messverfahrens basiert auf der Luftströmung zwischen einer
30 Folienseite und einer glatten Silizium-Wafer-Platte. Die Luft strömt von der Umgebung

in einen evakuierten Raum, wobei die Grenzfläche zwischen Folie und Silizium-Wafer-Platte als Strömungswiderstand dient.

Eine runde Folienprobe wird auf einer Silizium-Wafer-Platte, in deren Mitte eine Bohrung die Verbindung zu dem Rezipienten gewährleistet, gelegt. Der Rezipient wird auf einen Druck kleiner 0,1 mbar evakuiert. Bestimmt wird die Zeit in Sekunden, die die Luft benötigt, um in dem Rezipienten einen Druckanstieg von 56 mbar zu bewirken.

Messbedingungen:

Messfläche	45,1 cm ²
Anpressgewicht	1276 g
Lufttemperatur	23 °C
Luftfeuchte	50 % relative Feuchte
Gassammelvolumen	1,2 cm ³
Druckintervall	56 mbar

15 **Planare Orientierung Δp**

Die Bestimmung der planaren Orientierung erfolgt über die Messung der Brechungsindizes mit dem Abbe-Refraktometer nach folgendem Verfahren:

Probengröße und Probenlänge: 60 bis 100 mm

20 Probenbreite: entspricht Prismenbreite von 10 mm

Zur Bestimmung von n_{MD} und $n_a (=n_z)$ muss die zu messende Probe aus der Folie ausgeschnitten werden, bei der die Laufrichtung der Probe exakt mit der TD-Richtung übereinstimmen muss. Zur Bestimmung von n_{TD} und $n_a (=n_z)$ muss die zu messende Probe aus der Folie ausgeschnitten werden, bei der die Laufrichtung der Probe exakt mit der MD-Richtung übereinstimmen muss. Die Proben sind aus der Mitte der Folienbahn zu entnehmen. Es ist dafür Sorge zu tragen, daß das Abbe-Refraktometer eine Temperatur von 23 °C hat. Auf das vor der Messung gut gesäuberte untere Prisma wird mit Hilfe eines Glasstabes ein wenig Dijodmethan ($N=1,745$) bzw. Dijodmethan-Bromnaphthalin-Gemisch aufgetragen. Der Brechungsindex des Gemisches muss größer als 1,685 sein. Darauf wird zuerst die in TD-Richtung ausgeschnittene Probe

aufgelegt, so daß die gesamte Prismenoberfläche bedeckt ist. Mit Hilfe eines Papiertaschentuches wird nun die Folie fest auf das Prisma aufgebügelt, so daß die Folie fest und glatt aufliegt. Die überflüssige Flüssigkeit muss abgesaugt werden. Danach wird ein wenig von der Messflüssigkeit auf die Folie getropft. Das zweite

5 Prisma wird heruntergeklappt und fest angedrückt. Nun wird mit Hilfe der rechten Rändelschraube die Anzeigeskala so weit gedreht, bis im Bereich 1,62 bis 1,68 ein Übergang von hell auf dunkel im Sichtfenster zu sehen ist. Ist der Übergang von hell auf dunkel nicht scharf, werden mit Hilfe der oberen Rändelschraube die Farben so zusammengeführt, daß nur eine helle und eine dunkle Zone sichtbar ist. Die scharfe

10 Übergangslinie wird mit Hilfe der unteren Rändelschraube in den Kreuzungspunkt der beiden (im Okular) diagonalen Linien gebracht. Der nun in der Messskala angezeigte Wert wird abgelesen und in das Messprotokoll eingetragen. Dies ist der Brechungsindex in Maschinenrichtung n_{MD} . Nun wird die Skala mit der unteren Rändelschraube so weit verdreht, daß der im Okular sichtbare Bereich zwischen 1,49

15 und 1,50 zu sehen ist.

Jetzt wird der Brechungsindex in n_x bzw. n_z (in Dickenrichtung der Folie) ermittelt. Damit der nur schwach sichtbare Übergang besser zu sehen ist, wird auf das Okular eine Polarisationsfolie gelegt. Diese ist solange zu drehen, bis der Übergang deutlich zu sehen ist. Es gilt das gleiche wie bei der Bestimmung von n_{MD} . Ist der Übergang von

20 hell auf dunkel nicht scharf (farbig), dann werden mit Hilfe der oberen Rändelschraube die Farben zusammengeführt, so daß ein scharfer Übergang zu sehen ist. Diese scharfe Übergangslinie wird mit Hilfe der unteren Rändelschraube in den Kreuzungspunkt der beiden diagonalen Linien gebracht und den auf der Skala angezeigten Wert abgelesen und in die Tabelle eingetragen.

25 Anschließend wird die Probe gedreht und die entsprechenden Brechungsindizes n_{MD} und n_x ($=n_z$) der anderen Oberflächenseite gemessen und in eine entsprechende Tabelle eingetragen.

Nach der Bestimmung der Brechungsindizes in MD-Richtung bzw. in Dickenrichtung wird der in MD-Richtung herausgeschnittene Probenstreifen aufgelegt und

30 entsprechend die Brechungsindizes n_{TD} und n_x ($=n_z$) bestimmt. Der Streifen wird

umgedreht und die Werte für die B-Seite gemessen. Die Werte für die A-Seite und die B-Seite werden zu mittleren Brechungswerten zusammengefasst. Die Orientierungswerte werden dann aus den Brechungsindizes nach den folgenden Formeln berechnet:

$$\begin{aligned}5 \quad \Delta n &= n_{MD} - n_{TD} \\ \Delta p &= (n_{MD} + n_{TD})/2 - n_z \\ n_{av} &= (n_{MD} + n_{TD} + n_z)/3\end{aligned}$$

Oberflächendefekte

10 Die Oberflächendefekte werden visuell bestimmt.

Mechanische Eigenschaften

Der E-Modul, die Reißfestigkeit und die Reißdehnung werden in Längs- und Querrichtung nach ISO 527-1-2 gemessen.

15

Brandverhalten

Das Brandverhalten wird nach DIN 4102 Teil 2, Baustoffklasse B2 und nach DIN 4102 Teil 1, Baustoffklasse B1 sowie nach dem UL-Test 94 ermittelt.

Beispiele

Beispiel 1

25 Chips aus Polyethylenterephthalat (hergestellt über das Umesterungsverfahren mit Mn als Umesterungskatalysator, Mn-Konzentration: 100 ppm) wurden bei 150 °C auf eine Restfeuchte von unterhalb 100 ppm getrocknet und dem Extruder für die Basisschicht B zugeführt. Ebenfalls wurden Chips aus Polyethylenterephthalat und einem Füllstoff dem Extruder für die nicht siegelfähige Deckschicht C zugeführt.

30 Daneben wurden Chips aus einem linearen Polyester hergestellt, der aus einem amorphen Copolyester mit 78 Mol.-% Ethylenterephthalat und 22 Mol.-%

- 28 -

Ethylenisophthalat besteht (hergestellt über das Umesterungsverfahren mit Mn als Umesterungskatalysator, Mn-Konzentration: 100 ppm). Der Copolyester wurde bei einer Temperatur von 100 °C auf eine Restfeuchte von unterhalb 200 ppm getrocknet und dem Extruder für die siegelfähige Deckschicht A zugeführt.

5

Als Weißpigment wurde Bariumsulfat eingesetzt.

Der Hydrolysestabilisator und das Flammschutzmittel werden in Form eines Masterbatches zudosiert. Das Masterbatch setzt sich aus 20 Gew.-% Flammschutzmittel, 1 Gew.-% Hydrolysestabilisator und 79 Gew.-% Polyethylenterephthalat zusammen. Bei dem Hydrolysestabilisator handelt es sich um Pentaerythrityl-Tetrakis-3-(3,5-di-Tertiärbutyl-4-Hydroxyphenyl)-Propionat. Bei dem Flammschutzmittel handelt es sich um Dimethylphosphonat (® Armgard P 1045). Das Masterbatch hat ein Schüttgewicht von 750 kg/m³ und einen Erweichungspunkt von 69 °C.

15

Das Masterbatch wurde bei Raumtemperatur aus separaten Dosierbehältern in einem Vakuumtrockner gefüllt, der von dem Einfüllzeitpunkt bis zum Ende der Verweilzeit ein Temperaturspektrum von 25 °C bis 130 °C durchläuft. Während der ca. 4-stündigen Verweilzeit wird das Masterbatch mit 61 Upm gerührt. Das vorkristallisierte bzw. vorgetrocknete Masterbatch wird in dem nachgeschalteten, ebenfalls unter Vakuum stehenden Hopper bei 140 °C 4 Stunden nachgetrocknet.

20

Der Basisschicht B werden 10 Gew.-% des Masterbatches und der nicht siegelfähigen Deckschicht C 20 Gew.-% des Masterbatches zugegeben.

25

Es wurde durch Koextrusion und anschließende stufenweise Orientierung in Längs- und Querrichtung eine weiße dreischichtige Folie mit ABC-Aufbau und einer Gesamtdicke von 20 µm hergestellt. Die Dicke der jeweiligen Deckschichten ist der Tabelle 2 zu entnehmen.

30

- 29 -

Deckschicht A, Mischung aus:

	97,0 Gew.-%	Copolyester mit einem SV-Wert von 800
5	3,0 Gew.-%	Masterbatch aus 97,75 Gew.-% Copolyester (SV-Wert von 800) und 1,0 Gew.-% @Sylobloc 44 H (synthetisches SiO ₂ der Fa. Grace) und 1,25 Gew.-% @Aerosil TT 600 (pyrogenes SiO ₂ der Fa. Degussa)

Basisschicht B:

	70,0 Gew.-%	Polyethylenterephthalat mit einem SV-Wert von 800
10	20,0 Gew.-%	Bariumsulfat einer mittleren Korngröße von 0,5 µm
	10,0 Gew.-%	Masterbatch, welches Flammschutzmittel und Hydrolysestabilisator enthält

Deckschicht C, Mischung aus:

15	20 Gew.-%	Masterbatch, welches Flammschutzmittel und Hydrolysestabilisator enthält
	68 Gew.-%	Polyethylenterephthalat mit einem SV-Wert von 800
20	12 Gew.-%	Masterbatch aus 97,75 Gew.-% Copolyester (SV-Wert von 800) und 1,0 Gew.-% @Sylobloc 44 H (synthetisches SiO ₂ der Fa. Grace) und 1,25 Gew.-% @Aerosil TT 600 (kettenartiges SiO ₂ der Fa. Degussa).

Die Herstellungsbedingungen in den einzelnen Verfahrensschritten waren:

	Längsstreckung:	Temperatur:	80 - 125°C
		Längsstreckverhältnis:	4,2
25	Querstreckung:	Temperatur:	80 - 135 °C
		Querstreckverhältnis:	4,0
	Fixierung:	Temperatur:	230 °C
	Dauer:		3 s

- 30 -

Die Folie hatte die geforderten guten Siegeleigenschaften, den gewünschten Weißgrad und zeigt das gewünschte Handling und das gewünschte Verarbeitungsverhalten. Der Folienaufbau und die erzielten Eigenschaften derart hergestellter Folien sind in den Tabellen 2 und 3 (Folienaufbau und Ergebnisse) dargestellt.

5

Nach 200 Stunden Tempem bei 100 °C im Umluftrocknerschrank sind die mechanischen Eigenschaften unverändert. Die Folie zeigt keinerlei Versprödungserscheinungen. Die Folie erfüllt nach DIN 4102 Teil 2 und Teil 1 die Baustoffklassen B2 und B1. Die Folie besteht den UL-Test 94.

10

Beispiel 2

Im Vergleich zu Beispiel 1 wurde die Deckschichtdicke der siegelfähigen Schicht A von 1,5 auf 2,0 µm angehoben. Die Siegeleigenschaften haben sich hierdurch verbessert, insbesondere ist die Siegelnahtfestigkeit deutlich größer geworden (siehe Tabellen 2 und 3).

15

Beispiel 3

Im Vergleich zu Beispiel 1 wurde jetzt eine 30 µm dicke Folie produziert. Die Deckschichtdicke der siegelfähigen Schicht A betrug 2,5 µm und diejenige der nicht siegelfähigen Schicht B betrug 2,0 µm. Die Siegeleigenschaften haben sich hierdurch nochmals verbessert, insbesondere ist die Siegelnahtfestigkeit deutlich größer geworden. Das Handling der Folie hat sich dabei tendenziell verbessert (siehe Tabellen 2 und 3).

20

Beispiel 4

Im Vergleich zu Beispiel 3 wurde das Copolymere für die siegelfähige Deckschicht A geändert. Anstelle des amorphen Copolyesters mit 78 Mol.-% Polyethylterephthalat und 22 Mol.-% Ethylterephthalat wurde jetzt ein amorpher Copolyester mit 70 Mol.-% Polyethylterephthalat und 30 Mol.-% Ethylterephthalat verwendet. Der Rohstoff wurde auf einem Zweischnellenextruder mit Entgasung verarbeitet, ohne daß er

30

vorgetrocknet werden musste. Die Deckschichtdicke der siegelfähigen Schicht A betrug wiederum 2,5 µm und diejenige der nicht siegelfähigen Schicht B betrug 2,0 µm. Die Siegeleigenschaften haben sich hierdurch verbessert, insbesondere ist die Siegelnahtfestigkeit deutlich größer geworden. Zur Erzielung eines guten Handlings und eines guten Verarbeitungsverhalten der Folie wurde die Pigmentkonzentration in den beiden Deckschichten leicht angehoben (siehe Tabellen 2 und 3).

Vergleichsbeispiel 1

Im Vergleich zu Beispiel 1 wurde jetzt die siegelfähige Deckschicht A nicht pigmentiert. Die Siegeleigenschaften haben sich zwar hierdurch etwas verbessert, jedoch ist das Handling der Folie und das Verarbeitungsverhalten inakzeptabel schlechter geworden (siehe Tabellen 2 und 3).

Vergleichsbeispiel 2

Im Vergleich zu Beispiel 1 wurde jetzt die siegelfähige Deckschicht A so hoch pigmentiert wie die nicht siegelfähige Deckschicht C. Das Handling und die Verarbeitungseigenschaften der Folie haben sich durch diese Maßnahme verbessert, jedoch sind die Siegeleigenschaften deutlich schlechter geworden (siehe Tabellen 2 und 3).

Vergleichsbeispiel 3

Im Vergleich zu Beispiel 1 wurde jetzt die nicht siegelfähige Deckschicht A deutlich weniger pigmentiert. Das Handling der Folie und das Verarbeitungsverhalten der Folie ist deutlich schlechter geworden (siehe Tabellen 2 und 3).

Vergleichsbeispiel 4

Es wurde Beispiel 1 aus der EP-A 0 035 835 nachgearbeitet. Das Siegelverhalten der Folie, das Handling der Folie und das Verarbeitungsverhalten der Folie ist schlechter als bei den erfindungsgemäßen Beispielen (siehe Tabellen 2 und 3).

Tabelle 2

Bei- spiel	Folien- dicke μm	Folien- aufbau	Schichtdicken μm			Pigmente in den Schichten			mittlerer Pigment- Durchmesser in Schichten μm			Pigmentkonzentrationen ppm		
			A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
B 1	20	ABC	1,5	17	1,5	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	300 375	0	1200 1500
B 2	20	ABC	2,0	16,5	1,5	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	300 375	0	1200 1500
B 3	30	ABC	2,5	25,5	2,0	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	300 375	0	1200 1500
B 4	30	ABC	2,5	25,5	2,0	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	400 500	0	1500 1875
VB 1	20	ABC	1,5	17	1,5	kein	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600			2,5 0,04		0	1200 1500
VB 2	20	ABC	1,5	17	1,5	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	300 375	0	1200 1500
VB 3	20	ABC	1,5	17	1,5	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	kein	Sylobloc 44 H Aerosil TT 600	2,5 0,04		2,5 0,04	300 375	0	600 750
VB 4	15	AB	2,25	12,75		Gasil 35 EP-A-035 835	kein		3			2500	0	

Tabelle 3

Bei- spiel	Siegel- anspring- temperatur °C	Siegel- naht- festigkeit N/15mm	Reibung COF	Mittlere Rauigkeit R _a nm		Meßwerte für die Gasströmung sec		Konstanten A/B		Δp	Glanz 20°		Wickel- verhalten und Handling	Verar- beitungs- verhalten
				A- Seite	C- Seite	A- Seite	C- Seite	A- Seite	C- Seite		A- Seite	C- Seite		
B 1	100	2,0	0,45	25	65	1200	80	0,5	3,06	0,165	140	170	++	++
B 2	98	2,7	0,45	26	65	1280	80	0,5	3,06	0,165	140	170	++	++
B 3	95	3,0	0,41	23	61	1110	80	0,5	3,06	0,165	130	170	++	++
B 4	85	3,3	0,40	23	65	1300	60	0,5	3,06	0,165	130	170	++	++
VB 1	98	2,1	0,45	10	65	10000	80			0,165	160	170	-	-
VB 2	110	1,0	0,45	65	65	80	80			0,165	130	170	-	-
VB 3	100	2,0	0,45	25	37	1200	150			0,165	160	190	-	-
VB 4	115	0,97	>2	70	20	50	>5000						-	-

Zeichenerklärung beim Wickelverhalten, Handling und beim Verarbeitungsverhalten der Folien:

- ++: keine Klebeneigung an Walzen oder anderen mechanischen Teilen, keine Blockprobleme beim Wickeln und bei der Verarbeitung auf Verpackungsmaschinen, niedrige Herstellkosten
- .: Klebeneigung an Walzen oder anderen mechanischen Teilen, Blockprobleme beim Wickeln und bei der Verarbeitung auf Verpackungsmaschinen, hohe Herstellkosten durch aufwendiges Handling der Folie in den Maschinen

5 Patentansprüche

1. Weiße, siegelfähige, flammhemmend ausgerüstete, biaxial orientierte Polyesterfolie mit mindestens einer Basisschicht B, einer siegelfähigen Deckschicht A und einer weiteren Deckschicht C, wobei die siegelfähige Deckschicht A eine Siegelanspringtemperatur von ≤ 110 °C und eine Siegelnahtfestigkeit von $\geq 1,3$ N/15 mm aufweist.
2. Polyesterfolie gemäß Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß die siegelfähige Deckschicht A eine mittlere Rauigkeit R_a kleiner 30 nm aufweist.
3. Polyesterfolie gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die siegelfähige Deckschicht A einen Messwertbereich für die Gasströmung von 500 - 4000 s aufweist.
4. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die siegelfähige Deckschicht A einen Glanz von größer 120 (Messwinkel 20°) aufweist.
5. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die nicht siegelfähige Deckschicht C einen Reibungskoeffizienten COF kleiner 0,5 aufweist.
6. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die nicht siegelfähige Deckschicht C eine mittlere Rauigkeit R_a von 40 - 100 nm aufweist.

- 35 -

7. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die nicht siegelfähige Deckschicht C einen Messwertbereich für die Gasströmung von kleiner 120 s aufweist.
- 5 8. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die nicht siegelfähige Deckschicht C einen Glanz von kleiner 100 (Messwinkel 20°) aufweist.
- 10 9. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfolie einen Weißgrad von größer 70 aufweist.
- 15 10. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfolie eine planare Orientierung von kleiner 0,165 hat.
- 20 11. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfolie die Baustoffklassen B2 und B1 nach DIN 4101 Teil 2/Teil 1 erfüllt und den UL-Test 94 besteht.
- 25 12. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, wobei die Basisschicht B zu mindestens 90 Gew.-% aus einem thermoplastischen Polyester aus der Reihe PET, PEN, PCDT und PENBB besteht und die anderen Monomereinheiten aus anderen aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Diolen bzw. Dicarbonsäuren stammen.
13. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, wobei die Basisschicht B zu mindestens 95 Gew.-% aus einem thermoplastischen Polyester aus der Reihe PET und PEN besteht.

14. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, wobei die
siegelfähige Deckschicht A auf Basis von Polyester copolymeren aufgebaut ist
und im wesentlichen aus Ethylenterephthalat-Einheiten (40 bis 95 Mol-%) und
Ethylenisophthalat-Einheiten (60 bis 5 Mol-%) besteht und die anderen
Monomereinheiten aus anderen aliphatischen, cycloaliphatischen oder
aromatischen Diolen bzw. Dicarbonsäuren stammen.
15. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14, wobei die
siegelfähige Deckschicht A 0,2 µm bis 4,0 µm dick ist.
16. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 15, wobei die
nicht siegelfähige Deckschicht C zu mindestens 95 Gew.-% aus einem
thermoplastischen Polyester aus der Reihe PET, PEN, PCDT und PENBB
besteht.
17. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16, wobei die
nicht siegelfähige Deckschicht C 0,2 µm bis 4,0 µm dick ist.
18. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17, wobei das
Flammschutzmittel in der nicht siegelfähigen Decksicht C enthalten ist.
19. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 18, wobei das
Flammschutzmittel ausgewählt wird aus einer oder mehreren organischen
Phosphorverbindungen, die im PET löslich ist/sind.
20. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 19, wobei die
Konzentration des Flammschutzmittels zwischen 0,5 und 30,0 Gew.-%, bezogen
auf das Gewicht der Schicht in welches das Flammschutzmittel eingesetzt ist.

21. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 20, wobei das Weißpigment in der Basisschicht B enthalten ist.
- 5 22. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 21, wobei das Weißpigment ausgewählt ist aus einem oder mehreren der Weißpigmente Titandioxid, Bariumsulfat, Calciumcarbonat, Kaolin und Siliciumdioxid.
23. Polyesterfolie nach Anspruch 22, wobei das Weißpigment Bariumsulfat ist.
- 10 24. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 23, wobei die Folie 12 bis 40 Gew.-% Weißpigment, bezogen auf das Gewicht der Schicht in welcher das Weißpigment enthalten ist.
- 15 25. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 24, wobei das Weißpigment Bariumsulfat eine mittlere Korngröße von 0,3 bis 0,8 µm besitzt.
- 20 26. Polyesterfolie gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 25, wobei die Folie gegebenenfalls noch jeweils eine Zwischenschicht zwischen der Basisschicht B und den Deckschichten A und C aufweist.
- 25 27. Verfahren zur Herstellung einer Polyesterfolie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymere bzw. die Polymermischung der einzelnen Schichten in einem Extruder komprimiert und verflüssigt werden, die Schmelzen dann gleichzeitig durch eine Flachdüse (Breitschlitzdüse) gepresst werden, die ausgepresste mehrschichtige Folie auf einer oder mehreren Abzugswalzen abgezogen wird, die so erhaltene Vorfolie anschließend biaxial verstreckt und thermofixiert wird und gegebenenfalls an der zur Behandlung vorgesehenen Oberflächensicht corona- oder flammbehandelt wird.

28. Verfahren gemäß Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Zugabe des Flammenschutzmittels über die Masterbatch-Technologie durchgeführt wird.
- 5 29. Verfahren gemäß Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Zugabe des Weißpigments über die Masterbatch-Technologie durchgeführt wird.
- 10 30. Verwendung einer Folie gemäß den Ansprüchen 1 bis 26 als Innenraumverkleidung, für Messebau und Messeartikel, als Display, für Schilder, für Schutzverglasungen von Maschinen und Fahrzeugen, im Beleuchtungssektor, im Laden- und Regalbau, als Werbeartikel, als Kaschiermedium, für Gewächshäuser, Überdachungen, Außenverkleidungen, Abdeckungen von Materialien, im Bausektor, als Lichtwerbeprofil, Schattenmatten oder in Elektroanwendungen.
-

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/01304

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B32B27/36 C08K5/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B32B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	GB 2 344 596 A (DU PONT) 14 June 2000 (2000-06-14) claims page 5 -page 7 page 9, line 23 -page 10, line 7 page 11, line 20 - line 30	1,8,12, 16, 18-22,30
P, A	---	27
A	DE 198 27 845 A (BASF AG) 30 December 1999 (1999-12-30) claims --- -/--	19,20



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

S document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 July 2001

Date of mailing of the international search report

31/07/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ibarrola Torres, O

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PC1/EP 01/01304

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 515 096 A (ICI PLC) 25 November 1992 (1992-11-25) cited in the application claims column 3, line 22 - line 38 column 8, line 51 -column 10, line 43 ----	1,2,6, 27,30
A	WO 98 06575 A (ICI PLC ;LOVATT ALLAN (GB); RUTTER PHILIP MARK (GB)) 19 February 1998 (1998-02-19) cited in the application claims page 6, line 11 -page 8, line 11 ----	1,27,30
A	EP 0 947 982 A (MITSUBISHI POLYESTER FILM GMBH) 6 October 1999 (1999-10-06) the whole document -----	1,27,30

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PC1/EP 01/01304

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2344596 A	14-06-2000	NONE	
DE 19827845 A	30-12-1999	AU 4771399 A WO 9967326 A	10-01-2000 29-12-1999
EP 0515096 A	25-11-1992	AT 185314 T AU 646950 B AU 1639892 A BR 9201897 A CA 2069194 A CN 1069277 A DE 69230080 D DE 69230080 T DK 515096 T ES 2139589 T JP 3045874 B JP 5138836 A KR 227454 B US 5656222 A	15-10-1999 10-03-1994 26-11-1992 05-01-1993 22-11-1992 24-02-1993 11-11-1999 08-06-2000 17-04-2000 16-02-2000 29-05-2000 08-06-1993 01-11-1999 12-08-1997
WO 9806575 A	19-02-1998	AU 3856297 A EP 0920381 A JP 2000516161 T	06-03-1998 09-06-1999 05-12-2000
EP 0947982 A	06-10-1999	DE 19814710 A JP 11309826 A	07-10-1999 09-11-1999

PCT/EP 01/01304

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

Becherzierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Ibarrola Torres, O

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01304

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 515 096 A (ICI PLC) 25. November 1992 (1992-11-25) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche Spalte 3, Zeile 22 - Zeile 38 Spalte 8, Zeile 51 - Spalte 10, Zeile 43 -----	1, 2, 6, 27, 30
A	WO 98 06575 A (ICI PLC ; LOVATT ALLAN (GB); RUTTER PHILIP MARK (GB)) 19. Februar 1998 (1998-02-19) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche Seite 6, Zeile 11 - Seite 8, Zeile 11 -----	1, 27, 30
A	EP 0 947 982 A (MITSUBISHI POLYESTER FILM GMBH) 6. Oktober 1999 (1999-10-06) das ganze Dokument -----	1, 27, 30

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01304

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 2344596 A	14-06-2000	KEINE	
DE 19827845 A	30-12-1999	AU 4771399 A WO 9967326 A	10-01-2000 29-12-1999
EP 0515096 A	25-11-1992	AT 185314 T AU 646950 B AU 1639892 A BR 9201897 A CA 2069194 A CN 1069277 A DE 69230080 D DE 69230080 T DK 515096 T ES 2139589 T JP 3045874 B JP 5138836 A KR 227454 B US 5656222 A	15-10-1999 10-03-1994 26-11-1992 05-01-1993 22-11-1992 24-02-1993 11-11-1999 08-06-2000 17-04-2000 16-02-2000 29-05-2000 08-06-1993 01-11-1999 12-08-1997
WO 9806575 A	19-02-1998	AU 3856297 A EP 0920381 A JP 2000516161 T	06-03-1998 09-06-1999 05-12-2000
EP 0947982 A	06-10-1999	DE 19814710 A JP 11309826 A	07-10-1999 09-11-1999

THIS PAGE BLANK (CSTC)